(19) RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

INSTITUT NATIONAL DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

PARIS

11 No de publication :

2 850 273

(à n'utiliser que pour les commandes de reproduction)

21) Nº d'enregistrement national :

03 00845

(51) Int Cl⁷: **A 61 K 7/48**

(12)

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

- 22 Date de dépôt : 27.01.03.
- (30) Priorité :

- Demandeur(s): GATTEFOSSE S.A. Société anonyme FR.
- Date de mise à la disposition du public de la demande : 30.07.04 Bulletin 04/31.
- Liste des documents cités dans le rapport de recherche préliminaire : Se reporter à la fin du présent fascicule
- Références à d'autres documents nationaux apparentés :
- (2) Inventeur(s): PEYROT ELISABETH, PRESLE SANDRINE et DEMARNE FREDERIC.
- 73 Titulaire(s) :
- Mandataire(s): CABINET LAURENT ET CHARRAS.

(54)

EXTRAIT DE BOURGEONS DE CASTANEA SATIVA.

Extrait de bourgeons de Castanea sativa susceptible d'être obtenu par une première étape d'extraction solide/liquide, suivie d'une seconde étape de séparation solide/liquide et enfin d'une troisième étape de récupération de la phase liquide.

R 2850273-A1

ш



EXTRAIT DE BOURGEONS DE Castanea sativa

L'invention concerne un extrait de bourgeons de Castanea sativa Elle a également pour objet une composition cosmétique comprenant ledit extrait. Elle se rapporte enfin à un certain nombre d'utilisations cosmétiques, par application topique, de l'extrait et donc de la composition de l'invention.

5

10

15

20

Originaire de l'Europe méridionale et du sud-ouest asiatique, *Castanea sativa* est une espèce de la famille des Fagacées. Cet arbre, pouvant atteindre 30 m de haut, est très répandu et peuple de nombreuses forêts multiséculaires dans les régions à terrain sableux ou silico-argileux. Il existe plusieurs centaines de variétés provenant de cultures pour l'industrie du bois ou la production de châtaignes.

A la connaissance du Demandeur, le châtaigner est utilisé sous différentes formes en cosmétique. Sous forme de farine, il est utilisé comme anti-âge (voir par exemple DE 4107122) ou comme composant de bain moussant (JP 9175993). La ronce du châtaignier a été décrite pour son effet protecteur (voir par exemple KR 00253843), mais également comme agent capillaire (JP 8217641). Le document JP 10226633 décrit l'utilisation pour une activité blanchissante et anti-radicaux libres, d'écorces et de la peau de châtaignes. Enfin, la châtaigne est décrite dans le document JP 2000154121 dans une composition capillaire en présence d'autres extraits tels que notamment Cèdre du Japon.

Le Demandeur a constaté que d'autres parties de cet arbre en particulier les feuilles, le bois, l'écorce et notamment les bourgeons présentaient des propriétés intéressantes, en particulier dans le domaine cosmétique, par application topique. Dans la suite de la description, l'invention est plus particulièrement décrite en relation avec les bourgeons. Toutefois, les même conditions d'extraction et les mêmes propriétés décrites par la suite, s'appliquent aux feuilles, bois et écorce.

Autrement dit et selon un premier aspect, l'invention concerne un extrait de bourgeons de *Castanea sativa* susceptible d'être obtenu par une première étape d'extraction solide/liquide, suivie d'une seconde étape de séparation solide/liquide, puis d'une troisième étape de récupération de la phase liquide.

5

Selon une première caractéristique, l'extraction solide/liquide peut être effectuée par différentes techniques bien connues de l'homme du métier, telles que macération, re-macération, digestion, macération dynamique, extraction en lit fluide, extraction assistée par micro-ondes, extraction assistée par ultra-sons, extraction à contre courant, percolation, re-percolation, lixiviation, extraction sous pression réduite, diacolation, extraction par fluide supercritique, extraction solide-liquide sous reflux continu (soxhlet). Dans un mode de réalisation avantageux, l'extraction est effectuée par macération dynamique à chaud.

15

10

Selon une autre caractéristique, l'extraction solide/liquide est effectuée à partir de bourgons sous forme fraîche, sèche, fraîche traités par hyperfréquence, ou fraîche traités par hyperfréquence puis séchés, les bourgeons pouvant se présenter en outre sous forme entière, concassée, broyée, ou cryobroyée.

20

Par ailleurs, le solvant d'extraction correspondant à la phase liquide est un solvant organique utilisable dans une application cosmétique par voie topique. Le solvant d'extraction est choisi dans le groupe comprenant l'eau, les alcools (éthanol, méthanol, etc.), les glycols (tels que le propylène glycol, le butylène glycol, la glycérine...), seuls ou en mélange.

25

En pratique, le ratio bourgeon/ solvant, pendant l'étape d'extraction, est compris entre 1/99 et 80/20 (en poids). De même, L'extraction est effectuée à une température comprise entre 3 et 100°C, de préférence entre 20 et 60°C, pendant quelques minutes à plusieurs jours, en fonction de la méthode d'extraction utilisée.

30

De manière à optimiser l'extraction des composés actifs tout en protégeant ces composés de l'oxydation par l'oxygène de l'air, l'étape d'extraction solide/liquide peut être réalisée sous agitation et sous atmosphère d'azote.

Selon l'invention, l'extraction solide/liquide est suivie d'une étape de séparation solide/liquide, l'objectif étant de récupérer la phase liquide contenant la matière active. Cette séparation peut être effectuée par toute technique connue de l'homme du métier, en particulier l'égouttage, le pressage, l'essorage, la centrifugation ou la filtration.

5

10

15

20

25

30

Dans un mode de réalisation avantageux, l'étape de séparation liquide/solide est suivie par au moins une étape de clarification. Cette étape de clarification peut être effectuée par filtration sur plaques, filtration membranaire, filtration tangentielle, ou encore par centrifugation.

Selon un autre mode de réalisation, l'étape de séparation liquide/solide est suivie d'une étape de concentration, laquelle permet d'obtenir une forme liquide concentrée. En pratique, l'étape de concentration est effectuée par évaporation sous vide ou osmose inverse. Bien entendu, l'étape de concentration peut être effectuée directement après l'étape de séparation ou de clarification.

Postérieurement à l'étape de séparation solide/liquide et dans un autre mode de réalisation, l'extrait obtenu est fractionné, enrichi ou purifié par différentes techniques telles que la filtration membranaire, l'extraction liquide/liquide ou la chromatographie préparative.

Enfin, en vue d'un conditionnement stérile ou non stérile, les étapes de clarification et/ou de concentration peuvent être suivies d'une étape de filtration stérilisante à 0.22μm.

Comme déjà dit, à l'issue de l'étape de séparation, on récupère un extrait sous forme liquide. Pour obtenir un extrait liquide stable dans le temps en terme de contamination bactérienne, de stabilité physico-chimique et de couleur et dans le cas d'un conditionnement non stérile, on incorpore à la phase liquide, le cas échéant avant l'étape de filtration stérilisante, au moins un agent conservateur (ex. Phénonip[®]...) dans une concentration comprise entre 1 et 10g/l et un agent

antioxydant (ex. acides organiques : ascorbique, citrique...) dans une concentration comprise entre 0.5 et 10 g/l par rapport au volume total de la phase liquide.

Pour obtenir un extrait sous forme sèche, l'extrait obtenu à l'issue de l'étape de séparation liquide/solide, le cas échéant de clarification et/ou de concentration est séché, avec ou sans agent de conservation et avec ou sans agent texturant (tel que l'amidon, les maltodextrines, les sirops de glucose...), par lyophilisation, atomisation ou évaporation sous vide.

5

15

20

25

Selon une autre caractéristique, lorsque l'extrait se présente sous forme liquide, il a une teneur en matière sèche comprise entre 1 et 100 g/kg. Lorsqu'il se présente sous forme sèche, il a une teneur en matière sèche comprise entre 10 et 1000 g/kg.

L'extrait peut être utilisé dans le domaine cosmétique, en particulier lorsqu'il est appliqué par voie topique. Ainsi, le Demandeur a constaté que l'extrait de l'invention:

- stimulait la synthèse des composants essentiels de la matrice extracellulaire par les cellules du derme, telles que l'élastine, le collagène et l'acide hyaluronique,
- avait une activité cytoprotectrice vis à vis de la peau.

En d'autres termes et selon un autre aspect de l'invention, l'extrait précédemment décrit peut être utilisé dans ces applications.

Dans un autre aspect, l'invention concerne une composition cosmétique comprenant un extrait de feuilles, d'écorce de bois ou de bourgeons de *Castanea* sativa, en particulier un extrait de bourgeons obtenu par le procédé ci-avant décrit.

En pratique, l'extrait représente entre 0,1 % et 10 % en poids de la composition, préférentiellement entre 0,3 % et 3 %.

L'invention et les avantages qui en découlent ressortiront bien de l'exemple de réalisation suivant.

5 EXEMPLE 1 : Fabrication d'un extrait de bourgeons de Castanea sativa

- Incorporer 473.7 g de butylène glycol et 426.3 g d'eau purifiée dans un même bêcher,
- Mettre le solvant à chauffer à 40°C sous agitation continue,
- Peser 100 g de bourgeons de Castanea sativa congelés,
- Broyer les bourgeons quelques secondes à l'aide d'un broyeur à couteau,
- Ajouter les bourgeons broyés au mélange eau/ butylène glycol,
- Laisser extraire environ 8 heures à 40°C sous agitation constante,
- Eliminer les bourgeons par passage sur voile de nylon (100μm),
- Clarifier l'extrait sur filtres en papier de porosité décroissante.

EXEMPLE 2: Composition cosmétique

20 Composition cosmétique

10

15

Soin essentiel visage

	•	
Tribehenin PEG-20 ester	Emulsifiant H/E	6,00
Octyldodecyl Myristate	Emollient	15,00
Phenoxyethanol et methylparaben et butylparaben et	Conservateur	0,50
ethylparaben et propylparaben		
Extrait de bourgeons de Castanea sativa		3,00
Parfum		0,20
Eau		qsp 100

REVENDICATIONS

1/ Extrait de bourgeons de *Castanea sativa* susceptible d'être obtenu par une première étape d'extraction solide/liquide, suivie d'une seconde étape de séparation solide/liquide et enfin d'une troisième étape de récupération de la phase liquide.

2/ Extrait selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'extraction solide/liquide est effectuée par macération, re-macération, digestion, macération dynamique, extraction en lit fluide, extraction assistée par micro-ondes, extraction assistée par ultra-sons, extraction à contre courant, percolation, re-percolation, lixiviation, extraction sous pression réduite, diacolation, extraction par fluide supercritique, ou extraction solide-liquide sous reflux continu.

15

10

- 3/ Extrait selon la revendication 1, caractérisé en ce que le ratio bourgeon/ solvant, pendant l'étape d'extraction solide/liquide, est compris entre 1/99 et 80/20 (en poids).
- 4/ Extrait selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'extraction solide/liquide est effectuée à une température comprise entre 3 et 100°C, de préférence entre 20 et 60°C.
- 5/ Extrait selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'étape de séparation solide/liquide est effectuée par égouttage, pressage, essorage, centrifugation ou filtration.
 - 6/ Extrait selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'étape de séparation liquide/solide est suivie par au moins une étape de clarification.

30

7/ Extrait selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'étape de séparation liquide/solide est suivie d'une étape de concentration.

8/ Extrait selon l'une des revendications 6 ou 7, caractérisé en ce que les étapes de clarification et/ou de concentration sont suivies d'une étape de filtration stérilisante à $0.22 \mu m$.

9/ Extrait selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'il est séché à l'issue de l'étape de séparation liquide/solide, par lyophilisation, atomisation ou évaporation sous vide.

10

5

- 10/ Extrait selon la revendication 1, caractérisé en ce que lorsque l'extrait se présente sous forme liquide, il a une teneur en matière sèche comprise entre 1 et 100 g/kg.
- 15 11/Extrait selon la revendication 1, caractérisé en ce que lorsqu'il se présente sous forme sèche, il a une teneur en matière sèche comprise entre 10 et 1000 g/kg.
 - 12/ Extrait selon la revendication 1 utilisé pour stimuler la synthèse des composants essentiels de la matrice extracellulaire par les cellules du derme.

20

- 13/ Extrait selon la revendication 1 utilisé pour son activité cytoprotectrice vis à vis de la peau.
- 14/ Composition cosmétique comprenant un extrait de bourgeons de Castanea.

 25 sativa selon la revendication 1.
 - 15/ Composition selon la revendication 14, caractérisée en ce que l'extrait représente entre 0,1 % et 10 % en poids de la composition, préférentiellement entre 0,3 % et 3 %.

30

<u>Déposant</u>

GATTEFOSSE S.A.

Mandataire: Cabinet LAURENT ET CHARRAS



RAPPORT DE RECHERCHE **PRÉLIMINAIRE**

N° d'enregistrement national

établi sur la base des dernières revendications déposées avant le commencement de la recherche FA 630229 FR 0300845

DOCL	MENTS CONSIDÉRÉS COMME PE	RTINENTS	Revendication(s) concernée(s)	Classement attribué à l'invention par l'INPI
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de bes des parties pertinentes	soin,	,	
X	MATO M C ET AL: "Polyphenolic protectors in buds of juvenile chestnut" PHYSIOLOGIA PLANTARUM, vol. 91, no. 1, 1994, pages 23 XP002257069 ISSN: 0031-9317 * page 24 *	and adult	1-13	A61K7/48
X	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 1996, no. 12, 26 décembre 1996 (1996-12-26) & JP 08 217688 A (MIKIMOTO PHA LTD), 27 août 1996 (1996-08-22) * abrégé *	ARMACEUT CO 7)	1-15	
X	DATABASE BIOSIS 'en ligne! BIOSCIENCES INFORMATION SERVICE PHILADELPHIA, PA, US; août 2000 CHI YEON SOOK ET AL: "Effects chestnut inner shell extract expression of adhesion molecular fibronectin and vitronectin, fibroblasts in culture." Database accession no. PREV200 XP002257070 * abrégé * & ARCHIVES OF PHARMACAL RESEA vol. 25, no. 4, août 2002 (200469-474, ISSN: 0253-6269	of the on the les, of skin 0300222742	1-15	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (Int.CL.7) A61K A61Q
		-/		
		vement de la recherche	C :-	Examinateur
X : pa Y : pa au A : ari	CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS rticulièrement pertinent à lui seul rticulièrement pertinent en combinaison avec un tre document de la même catégorie rière-plan technologique vulgation non-écrite cument intercalaire	à la date de dépô de dépôt ou qu'à D : cité dans la dem L : cité pour d'autres	pe à la base de l' evet bénéficiant d ôt et qui n'a été p une date postér lande s raisons	d'une date antérieure oublié qu'à cette date

2



RAPPORT DE RECHERCHE **PRÉLIMINAIRE**

N° d'enregistrement national

établi sur la base des dernières revendications déposées avant le commencement de la recherche

FA 630229 FR 0300845

DOCL	JMENTS CONSIDÉRÉS COMME P	ERTINENTS	Revendication(s) concernée(s)	Classement attribué à l'invention par l'INPI
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de des parties pertinentes	oesoin,		
X	LAMPIRE O ET AL: "Polypheno from the bark of castanea sa chemical structures and auto in honour of professor G. H. 75th birthday" PHYTOCHEMISTRY, PERGAMON PRE vol. 49, no. 2, 28 septembre 1998 (1998-09-2 623-631, XP004290142 ISSN: 0031-9422 * page 623 *	tiva Mill. -association Neil Towers SS, GB,	1-13	
X	EP 0 481 396 A (JUGOTANIN KE SEVN) 22 avril 1992 (1992-04 * page 2, ligne 40 - ligne 4 * exemple 1 *	-22)	1-15	
				DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (Int.CL.7)
	Date d'es	hèvement de la recherche	1	Examinateur
		octobre 2003	Sim	on, F
X : pa Y : pa au A : am O : div	CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS urticulièrement pertinent à lui seul triculièrement pertinent en combinaison avec un tre document de la même catégorie rière-plan technologique vulgation non-écrite ecument intercalaire	T : théorie ou princ E : document de bi à la date de dép de dépôt ou qu' D : cité dans la der L : cité pour d'autre	ipe à la base de l'i revet bénéficiant d côt et qui n'a été p à une date postéri mande es raisons	nvention 'une date antérieure ublié qu'à cette date

ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET FRANÇAIS NO. FR 0300845 FA 630229

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche préliminaire visé ci-dessus. Les dits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date d08-10-2003 Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets, ni de l'Administration française

a	Document brevet ou rapport de reche	cité rche	Date de publication		Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
JP	08217688	Α	27-08-1996	AUCU	V	
EP	0481396	Α	22-04-1992	DE DE EP SI	69106656 D1 69106656 T2 0481396 A2 9011933 A	23-02-1995 17-08-1995 22-04-1992 30-06-1998